

Partial translation of JP 2001-243886A: paragraph 0024 to paragraph 0025  
(page 4), and paragraph 0049 (page 6)

[0024]

On the glass substrate on which are formed a plurality of electrodes for discharge, a MgO film is formed for the purpose of protection against ion shocks due to discharge. As the method of formation, electron beam vapor deposition method, plasma vapor deposition method, iron beam assist vapor deposition method, reactive spatter method with Mg target, ion beam spatter method, CVD method, etc. may be applied. In any of those methods of formation, the substrate is disposed in a vacuum chamber and, after a preliminary evacuation, MgO film is formed on the substrate in a depressurized atmosphere, by vapor deposition of base material or spattering of the target, etc.

[0025]

In a vapor deposition or spattering of MgO, it is necessary to introduce a lead-in gas into a depressurized atmosphere. Lead-in gas is a gas introduced for the purpose of being used for the spattering of target, iron beam, etc. or for controlling the film quality, and it shall preferably be a mixed gas containing at least one of the gases selected from among rare gases such as He, Ne, Ar, Kr, Xe, etc., H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, and O<sub>2</sub>. In the case where spattering and ion beam are used, rare gases may be used favorably because they are inactive and hardly react with MgO. Furthermore, H<sub>2</sub> and N<sub>2</sub> may be used favorably, when controlling the crystal orientation or crystal particle diameter of MgO film, and O<sub>2</sub> may be used favorably, when reducing the

oxygen loss in the MgO film, respectively. Especially, in the spattering method, a mixed gas of Ar and O<sub>2</sub> may be used particularly favorably by the electron beam vapor deposition method.

[0049]

A substrate on which are formed an electrode and a transparent dielectric layer for discharge was displaced in a load lock chamber and, after vacuum evacuation down to a level of  $10^{-5}$  Pa, the substrate was conveyed into the film making chamber, baked for degassing, by means of a linear lead-in machine. Next, the substrate was heated up to 250°C with an infrared lamp heater and, an electron beam was irradiated on the MgO which is the base material, while introducing, as lead-in gas, oxygen gas containing at least H<sub>2</sub>O, CO, CO<sub>2</sub> as impure gases into the vacuum chamber of the film making chamber at a flow rate Q equal to  $2.0 \times 10^{-2}$  Pa m<sup>3</sup>/s (12 sccm), to vapor deposit MgO films on the substrate, while controlling the input electric power so that the film making speed may be adjusted to 3 nm/s. At that time, a gas refining unit using a non-evaporation type getter was disposed between the oxygen gas cylinder and the gas inlet port of the vacuum chamber of the film making chamber. The pressure during the film making was  $4 \times 10^{-2}$  Pa. The level of impurities  $Q_{imp}/Q_{gas}$  in the lead-in gas at the gas inlet port during the film making was 0.01 ppm. The level of impurities calculated from Q<sub>b</sub>, Q<sub>imp</sub> and Q<sub>gas</sub> was 0.16 ppm. A front plate was obtained in this way. The film density of MgO films prepared under the same condition turned out to be 3.45 g/cm<sup>3</sup>.

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号  
特開2001-243886  
(P2001-243886A)

(43)公開日 平成13年9月7日 (2001.9.7)

(51)Int.Cl.  
H 0 1 J 11/02  
9/02

識別記号

F I  
H 0 1 J 11/02  
9/02テ-ヤ-ト-\*(参考)  
B 5 C 0 2 7  
F 5 C 0 4 0

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 8 頁)

(21)出願番号	特願2000-55440(P2000-55440)	(71)出願人	000003159 東レ株式会社 東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号
(22)出願日	平成12年3月1日(2000.3.1)	(72)発明者	奥山 健太郎 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内
		(72)発明者	渡邊 修 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内
		Fターム(参考)	5C027 AA07 5C040 FA01 FA04 GE07 GE09 JA07 KA04 KB08 KB19 KB28 KB29 MA10

(54)【発明の名称】 プラズマディスプレイ用部材およびプラズマディスプレイならびにその製造方法

(57)【要約】

【課題】信頼性が高く、そして長寿命なプラズマディスプレイおよびその製造方法を提供する。

【解決手段】基板上の複数の電極上にMgO膜が形成されてなるプラズマディスプレイ用部材であって、MgO膜の密度が3.2 g/cm<sup>3</sup>以上であることを特徴とするプラズマディスプレイ用部材および基板上の複数の電極上にMgO膜を形成してなるプラズマディスプレイの製造方法であって、基板を真空チャンバー内に配置し予備排気した後、導入ガスを導入した減圧雰囲気中で基板上の複数の電極上にMgO膜を形成する際、以下の式で算出される減圧雰囲気中の不純物レベルIが110 ppm以下であることを特徴とするプラズマディスプレイの製造方法。

$$I = (Q_b + Q_{imp}) / Q_{gas}$$

Q<sub>b</sub> : 真空チャンバーのビルドアップレートQ<sub>imp</sub> : 真空チャンバーのガス導入ポートにおける導入ガス中の不純物成分量Q<sub>gas</sub> : 導入ガス流量いざれも単位は、Pa · m<sup>3</sup>/sとする。

### 【特許請求の範囲】

【請求項1】基板上の複数の電極上にMgO膜が形成されてなるプラズマディスプレイ用部材であって、MgO膜の密度が3.2 g/cm<sup>3</sup>以上であることを特徴とするプラズマディスプレイ用部材。

【請求項2】請求項1に記載のプラズマディスプレイ用部材を用いたことを特徴とするプラズマディスプレイ。

【請求項3】基板上の複数の電極上にMgO膜を形成してなるプラズマディスプレイの製造方法であって、基板を真空チャンバー内に配置し予備排気した後、導入ガスを導入した減圧雰囲気中で基板上の複数の電極上にMgO膜を形成する際、以下の式で算出される減圧雰囲気中の不純物レベルIが110 ppm以下であることを特徴とするプラズマディスプレイの製造方法。

$$I = (Q_b + Q_{imp}) / Q_{gas}$$

Q<sub>b</sub> : 真空チャンバーのビルドアップレート

Q<sub>imp</sub> : 真空チャンバーのガス導入ポートにおける導入ガス中の不純物成分量

Q<sub>gas</sub> : 導入ガス流量

いずれも単位は、Pa・m<sup>3</sup>/sとする。

【請求項4】減圧雰囲気中の不純物の成分が、H<sub>2</sub>O、COまたはCO<sub>2</sub>から選ばれる少なくとも1種を含むことを特徴とする請求項3記載のプラズマディスプレイの製造方法。

【請求項5】真空チャンバーのビルドアップレートが、 $2 \times 10^{-7}$  Pa・m<sup>3</sup>/s以下であることを特徴とする請求項3記載のプラズマディスプレイの製造方法。

【請求項6】真空チャンバーのガス導入ポートにおける導入ガス中の不純物レベルが1 ppm以下であることを特徴とする請求項3記載のプラズマディスプレイの製造方法。

【請求項7】導入ガスが、少なくともO<sub>2</sub>またはN<sub>2</sub>を含むことを特徴とする請求項3記載のプラズマディスプレイの製造方法。

【請求項8】導入ガス中の不純物の成分が、H<sub>2</sub>O、COまたはCO<sub>2</sub>から選ばれる少なくとも1種を含むことを特徴とする請求項3記載のプラズマディスプレイの製造方法。

### 【発明の詳細な説明】

#### 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、プラズマディスプレイ用部材およびプラズマディスプレイならびにその製造方法に関する。

#### 【0002】

【従来の技術】大きく重いプラウン管に代わる画像形成装置として、軽く、薄型のいわゆる平面型表示パネルが注目されている。平面型表示パネルとしては、液晶ディスプレイが盛んに開発されているが、これには画像が暗い、視野角が狭いといった課題が残っている。この液晶ディスプレイに代わるものとして自発光型の放電型ディ

スプレイであるプラズマディスプレイがあるが、液晶ディスプレイに比べて明るい画像が得られると共に、視野角が広く、さらに大型化、高精細化の要求に応えうるところから、そのニーズが高まりつつある。

【0003】プラズマディスプレイは、前面板と背面板との間に設けられた放電空間内で、電極間にプラズマ放電を生じさせ、放電空間内に封入されたガスから発生した紫外線を、放電空間内に設けた蛍光体に照射することにより表示が行われる。AC型のプラズマディスプレイでは、放電時のイオン衝撃から電極や誘電体層を保護する目的で、MgO（酸化マグネシウム）膜が形成される場合が多い。また、MgOは2次電子放出係数の高い金属酸化物であり、これを用いることによりプラズマディスプレイの放電開始電圧が下がることから駆動が容易となる利点もある。

【0004】従来、放電型ディスプレイにおけるMgO膜の形成方法としては、例えばプラズマディスプレイについて、平行電極、誘電体層が形成された基板を真空チャンバー内に配置し、所定の圧力まで真空排気を行った後、酸素を導入しながら母材であるMgOペレットに電子ビーム（EB）を照射し、該基板上にMgOを堆積させるといった蒸着法が主流である。

【0005】プラズマディスプレイにおいて、MgO膜はその表面が放電空間に接していることから、プラズマディスプレイの放電特性に大きな影響を及ぼし、その表面状態や膜質は、表示の安定化、駆動性、長寿命などの上で重要な因子である。

【0006】一般に、プラズマディスプレイにおいては、結晶配向性が悪く低密度のMgO膜では、長時間点灯によるMgO膜の経時変化が大きいといった問題がある。MgO膜の経時変化が大きいと、放電電圧が上昇するので点灯しないセル（非点灯セル）が増加してしまう。

【0007】この課題に対して、例えば、特開平5-234519号公報にはAC型プラズマディスプレイパネルの製造方法として、MgO膜を形成する際に、蒸着面に対してイオンビームを照射しながら成膜する方法が開示されている。また、特開平8-255562号公報には、プラズマディスプレイパネルにおける誘電体用保護膜の形成方法として、同じくMgO膜を形成する際に、真空チャンバー内にオゾンガスを導入すると共に、蒸着面に紫外線を照射しながら成膜する方法が開示されている。

【0008】しかし、これらの形成方法は、対角42インチといった大型基板に適用することは容易ではない上に、パネルの長時間点灯による表示動作の信頼性という点で、形成されたMgO膜の膜質では十分とは言えなかつた。

#### 【0009】

【発明が解決しようとする課題】そこで本発明は、従来

の技術における上述した問題点に鑑みてなされたもので、その目的とすることは、膜密度が高いMgO膜を形成することで、長時間点灯による表示動作が安定で長寿命なプラズマディスプレイおよびその製造方法を提供することにある。

【0010】本発明者等はかかる課題に対して、MgO膜を形成する減圧雰囲気中に存在する不純物の低減が重要であることを見出した。つまり、従来の製造方法によれば、蒸着中雰囲気には、真空チャンバー内壁からの放出ガス、および酸素などの導入ガス中の不純物ガスが残存しており、これらガス成分がMgOが蒸着されている結晶成長最表面に吸着し、結晶成長を阻害したり、膜中に取りこまれていた。真空チャンバー内壁からの放出ガスは、真空チャンバー内壁表面のガス吸着性に大きく依存しており、従来の製造法の真空チャンバー内壁表面は、主にステンレスであり放出ガスが多い。特に、表面での吸着力が大きいH<sub>2</sub>OやCO<sub>2</sub>が多い。また、蒸着時に真空チャンバーに酸素などのガスを導入する場合、導入ガスは、導入直前までガス配管の中に密閉されているので、配管、バルブ、圧力調整器からなるガス導入系の接ガス部位表面（配管、バルブ、圧力調整器等の内壁で、ガスが流れる時に接する部分）からの放出ガスにより汚染（不純物ガス成分量が増加）され、実際に真空チャンバーに導入される導入ガス中の不純物ガス成分量は、ポンペに充填された導入ガスの不純物ガス成分量よりも多くなっていた。

【0011】また、上述したガス導入系では、接ガス部位表面からの放出ガス量が多かったため、ガス導入配管内部の真空排気を行っても、直ぐに導入ガスは汚染されていた。また、配管の中にガスを流し不純物ガスを押し出す操作（ページ）を行っても、使用的ガス中にppmレベルの不純物ガス、特に表面での吸着力の大きいH<sub>2</sub>Oガスを含んでいると、バルブの弁座などのガスが停滞しやすいデッドゾーンに不純物ガスが溜まるため、やはり、導入ガスは真空チャンバーに導入される時点で汚染されていた。

### 【0012】

【課題を解決するための手段】すなわち本発明は、基板上の複数の電極上にMgO膜が形成されてなるプラズマディスプレイ用部材であって、MgO膜の密度が3.2 g/cm<sup>3</sup>以上であることを特徴とするプラズマディスプレイ用部材。

【0013】また、本発明は、上記プラズマディスプレイ用部材を用いたことを特徴とするプラズマディスプレイである。

【0014】さらに、本発明は、基板上の複数の電極上にMgO膜を形成してなるプラズマディスプレイの製造方法であって、基板を真空チャンバー内に配置し予備排気した後、導入ガスを導入した減圧雰囲気中で基板上の複数の電極上にMgO膜を形成する際、以下の式で算出

される減圧雰囲気中の不純物レベルIが110 ppm以下であることを特徴とするプラズマディスプレイの製造方法である。

$$I = (Q_b + Q_{imp}) / Q_{gas}$$

Q<sub>b</sub>：真空チャンバーのビルトアップレート

Q<sub>imp</sub>：真空チャンバーのガス導入ポートにおける導入ガス中の不純物成分量

Q<sub>gas</sub>：導入ガス流量

いざれも単位は、Pa・m<sup>3</sup>/sとする。

### 【0015】

【発明の実施の形態】以下に、本発明の好ましい実施の形態を説明する。本発明のプラズマディスプレイ用部材に用いられる基板は、その上に放電のためのストライプ状の電極が形成されている。ストライプ状の電極とは、短冊型の平行した電極だけでなく、平行した電極に画素サイズよりも小さな突起やT字形状を付与した電極も指す。

【0016】本発明におけるMgO膜の密度は、3.2 g/cm<sup>3</sup>以上である。ボイド、格子欠陥、不純物が少なく良好な結晶となるためである。良好な結晶を有するMgO膜は、プラズマディスプレイ点灯時の放電によるイオン衝撃に対して延時変化が少ないでの、プラズマディスプレイの寿命が長く、表示動作が安定となる。より好ましくは3.4 g/cm<sup>3</sup>以上である。一方、膜密度が3.2 g/cm<sup>3</sup>よりも小さくなると、膜中の格子欠陥、不純物が多くなるため、格子面間隔の不均一性およびボイドが増加し、結晶性が低下する。すなわち、長時間点灯によるMgO膜の経時変化が大きくなる（放電によるMgO膜のスペッタ量増加）ので、放電電圧の上昇、放電マージンの狭幅化が起こり、表示動作が不安定となるという問題を生ずる。

【0017】次に、本発明のプラズマディスプレイの製造方法を順に沿って説明する。図1に、以下の工程を用いて作製したプラズマディスプレイパネルの概略断面図を示す。

【0018】（構成基板作製工程）背面膜1の作製方法について述べる。背面膜1に用いるガラス基板は、特に限界しないが、一般的にはソーダライムガラスやソーダライムガラスをアニール処理したガラス、または、高歪み点ガラス（例えば、旭硝子社製“PD-2000”）等を用いることができる。ガラス基板のサイズは特に限界はなく、厚みは1～5mmのものを用いることができる。

【0019】ガラス基板上に、スクリーン印刷や感光性導電ペーストを用いたフォトリソグラフィーによつて、銀やアルミ、銅、金、ニッケル、酸化錫、ITO等を含むアドレス電極層をパターン形成する。さらに、放電の安定化のためにアドレス電極層の上に誘電体層を設けても良い。

【0020】アドレス電極層を形成したガラス基板上

に、電極層と平行に位置した隔壁をサンドブラスト法、型転写法、フォトリソグラフィー法等によって形成する。本発明に使用する隔壁の材料としては特に限定されず、珪素およびホウ素の酸化物を含有するガラス材料が適用される。また、屈折率が1.5~1.68のガラス材料を70重量%以上含むことがフォトリソグラフィー法によって形成する場合パターン形状が良好な矩形または台形となるため有利である。

【0021】さらに、電極層および隔壁層を形成したガラス基板上に、感光性蛍光体ベーストを用いたフォトリソグラフィー法、ディスペンサー法、スクリーン印刷法等によって蛍光体層を形成する。本発明に使用する蛍光体材料は特に限定されない。例えば、赤色では、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Eu、YVO<sub>4</sub>:Eu、(Y,Gd)BO<sub>3</sub>:Eu、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S:Eu、γ-Zn<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>:Mnがある。緑色では、Zn<sub>2</sub>GeO<sub>4</sub>:Mn、BaAl<sub>12</sub>O<sub>19</sub>:Mn、Zn<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>:Mn、LaPO<sub>4</sub>:Tb、ZnS:Cu,Al、Zn<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>:Mn、As、(ZnCd)S:Cu,Al、ZnO:Znなどがある。青色では、Sr<sub>5</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>C1:Eu、BaMgAl<sub>14</sub>O<sub>23</sub>:Eu、BaMgAl<sub>10</sub>O<sub>17</sub>:Eu、BaMg<sub>2</sub>Al<sub>14</sub>O<sub>24</sub>:Eu、ZnS:Ag+赤色顔料、Y<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub>:Ceなどが挙げられる。このようにして、背面板1を作製することができる。

【0022】次に前面板2の作製方法について述べる。前面板2に用いるガラス基板については、背面板1に述べたものと同様である。

【0023】まず、ガラス基板上に、放電のための複数の電極を形成する。電極形成法としては、例えば、酸化錫、ITOなどの透明電極をリフトオフ法、フォトエッチング法などによって、銀やアルミ、銅、金、ニッケル等をスクリーン印刷や感光性導電ベーストを用いたフォトリソグラフィー法によってパターン形成してもよい。また、より低抵抗な電極を形成する目的で透明電極の上にバス電極を形成してもよい。ここで、放電のための複数の電極を形成したガラス基板上に、誘電体層をスクリーン印刷法などにより形成することもできる。その場合の透明誘電体材料は特に限定されないが、PbO、B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiO<sub>2</sub>を含有する誘電体材料が適用される。

【0024】放電のための複数の電極を形成したガラス基板上に、放電によるイオン衝撃からの保護を目的としてMgO膜を形成する。形成手法は、電子ビーム蒸着法、プラズマ蒸着法、イオンビームアシスト蒸着法、Mgターゲットの反応性スパッタ法、イオンビームスパッタ法、CVD法などが適用できる。いずれの形成手法においても、基板を真空チャンバー内に配置し、予備排気した後、減圧雰囲気中で基板上に母材の蒸着、またはターゲットのスパッタリングなどによりMgO膜を形成する。

【0025】MgOの蒸着またはスパッタリングでは、

減圧雰囲気中に導入ガスを導入することが必要である。導入ガスは、ターゲットのスパッタリング、イオンビームなどに利用したり、膜質を制御する目的で導入されるガスであり、具体的にはHe、Ne、Ar、Kr、Xeなどの希ガス、H<sub>2</sub>、N<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>から選ばれる少なくとも1種を含んでる単体または混合ガスであることが好ましい。スパッタリング、イオンビームを用いる場合、希ガスは不活性なのでMgOと反応しにくいため好ましく用いることができる。また、H<sub>2</sub>やN<sub>2</sub>はMgO膜の結晶配向性や結晶粒径を制御する場合に、O<sub>2</sub>はMgO膜中の酸素欠損を低減する場合にそれぞれ好ましく用いられる。特に、スパッタリング法ではArとO<sub>2</sub>の混合ガスを、電子ビーム蒸着法ではO<sub>2</sub>を特に好ましく用いることができる。

【0026】また、プラズマディスプレイの長時間点灯による表示動作の信頼性を向上するには、長時間点灯による経時変化が少ないMgO膜を形成することが必要である。そのためには、膜密度が高く、長時間点灯による表示動作が安定なMgO膜を形成する必要があり、MgO膜を形成する減圧雰囲気中に存在する不純物ガスの低減が重要である。すなわち、以下の式から算出される不純物レベルIが110ppm以下であることが必要である。

【0027】 $I = (Q_b + Q_{imp}) / Q_{gas}$   
ここで、Q<sub>b</sub>は真空チャンバーのビルドアップレート、Q<sub>imp</sub>は真空チャンバー導入ポートにおける導入ガス中の不純物成分量、Q<sub>gas</sub>は真空チャンバーに導入するガス流量である。単位は全てPa・m<sup>3</sup>/sである。  
ここで、ビルドアップレートとは、真空状態から真空排気を停止した時の、密閉された空間の圧力上昇速度に空間の体積を乗じたものであり、単位時間当たりに表面から空間に放出されるガス量を示すものである。導入ガス中の不純物ガス成分量とは、真空チャンバーに導入するガス流量にそのガスの純度を乗じたものであり、単位時間あたりに真空チャンバーに送り込まれる不純物ガス量を示すものである。

【0028】減圧雰囲気中の不純物レベルIを110ppm以下にすることで、長時間点灯による経時変化が少ないMgO膜が形成でき、長寿命なプラズマディスプレイを作製できる。減圧雰囲気の不純物レベルIが、110ppmよりも多い場合、MgOが結晶成長している最表面に不純物ガスが吸着するので、結晶成長を阻害し形成されるMgO膜の結晶性が低下し、膜密度が低下する。更に、吸着した不純物ガスが膜中に取り込まれると、膜中の不純物ガスが増大してしまう。膜中に取り込まれた不純物ガスは、プラズマディスプレイ点灯時の放電により膜中から放電ガス空間に放出され、点灯(放電)していない時にMgO膜表面に吸着する。したがって、膜中の不純物ガスが上記上限値より多いと、MgO膜表面に吸着する不純物ガスが多くなり、MgO膜の2

次電子放出係数が低下、すなわち放電電圧が増加する。放電電圧が増加したセルでは、以前に設定された放電電圧では放電しないので、点灯すなわち表示ができなくなる。この点から、減圧雰囲気中の不純物レベルが30 ppm以下であることが好ましい。

【0029】不純物ガスとは、MgO膜表面に吸着しやすいガスであり、具体的な例としてはH<sub>2</sub>O、CO、CO<sub>2</sub>などが挙げられる。これらのガスが吸着すると、Mg(OH)<sub>2</sub>、MgCO<sub>3</sub>などが形成されるので、膜質を低下させてしまうことがある。

【0030】本発明のグラマディスプレイの製造方法は、MgO膜を形成する雰囲気中の不純物の抵触に関するので、真空チャンバーのビルドアップレートは、 $2 \times 10^{-7}$  Pa · m<sup>3</sup> / s 以下であることが好ましい。真空チャンバーのビルドアップレートが $2 \times 10^{-7}$  Pa · m<sup>3</sup> / s よりも大きいと、MgO膜の膜質が低下する傾向にある。ビルドアップレートを $2 \times 10^{-7}$  Pa · m<sup>3</sup> / s 以下にするためには、真空チャンバーの内壁面に電解研磨あるいは複合電解研磨されたステンレスや、エタノールを吹きつけながら切削するEL加工あるいは、アルゴン雰囲気中で切削するEX加工されたアルミ、またはアルミ合金を用いながら用いることができる。バルブの弁座の材質には、“ハイトン”、“テフロン（登録商標）”などの有機物ではなく、金属を用いることが好ましい。

【0031】また、真空チャンバーのガス導入ポートにおける導入ガス中の不純物レベルは、1 ppm以下であることが好ましい。導入ガス中の不純物レベルとは、導入ガス中の不純物成分量Q<sub>imp</sub>を導入ガス流量Q<sub>gas</sub>で除したものである。不純物レベルを1 ppm以下にするためには、配管、バルブ、圧力調整器、流量計などの接ガス部位に、電解研磨あるいは複合電解研磨されたステンレスを用いたり、バルブの弁座を金属製にするなどの他に、非蒸発型グッターを用いたガス精製器を用いることができる。更に、真空チャンバーに導入ガスを導入する前に、配管内部に導入ガスをフローさせ不純物ガスを押し流す“バージ”を行うことも有効である。真空チャンバーのガス導入ポートにおける導入ガス中の不純物レベルが、1 ppmよりも大きいと、減圧雰囲気中の不純物レベルが増大する傾向になり、長時間点灯により経時変化が大きいMgO膜が形成されることがある。

【0032】本発明において、MgO膜を形成する工程における、基板温度、成膜速度、導入ガス分压などの成膜条件は特に限定されないが、電子ビーム蒸着法を用いた場合、基板温度を150～250°C、成膜速度を0.1～5 nm/s、導入ガスを酸素とし、分压1×10<sup>-3</sup>～9×10<sup>-2</sup> Pa であることが好ましい。

【0033】以上、MgO膜を形成する場合について説明したが、上記MgO保護膜形成方法は、SrO、CaO、Ce<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiO<sub>2</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SrGdOなどの酸

化物、およびMgF<sub>2</sub>、CaF<sub>2</sub>などのフッ化物にも適用可能である。このようにして前面板2を作製することができる。

【0034】（封着工程）前面板と背面板を封着用のガラスフリットを用いて封着する工程（封着工程）について述べる。本発明に使用する封着用のガラスフリット材料は特に限定されないが、例えば、PbO、B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>等を含有する低融点ガラスとセラミックスフライーからなる複合系フリットや、PbO、ZnO、B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>等からなる結晶性フリットを好ましく用いることができる。各組成については、使用するガラス基板の熱膨張係数や封着後の工程での最高処理温度などによって適宜選択することができる。

【0035】前面板と背面板の間の所定の位置に封着用ガラスフリットを配置する方法としては、あらかじめ成形型で作製しておいた成形体を用いる他に、封着用ガラスフリットをペースト化し、背面板と前面板のどちらか一方、または双方に塗布することができる。封着用ガラスフリットペーストに用いるポリマーおよび溶媒は特に限定されない。例えば、ポリマーとしてはポリメチルメタクリレート（PMMA）などのアクリル系樹脂、溶媒としてはα-ターピネオール等である。塗布方法としては、例えば、スクリーン印刷法、ディスペンサー法などを用いることができる。

【0036】次に、封着後のパネルの厚み方向のばらつきを少なくするよう、前面板および背面板に均等に外力を加えて支持する。外力を加える方法としては、耐熱合金（例えば、インコネル合金など）製クリップや、金属製平板などを用いることができる。

【0037】また、真空排気用のガラス配管を設けるため、ガラス配管と、背面板または前面板との接触部位に、同様の封着用ガラスフリットを配置しておく。配置方法としては、成形体を用いる他に、ペーストを塗布する方法などがある。

【0038】ガラスフリットの軟化点以上の温度で一定時間上記のように保持することで前面板と背面板、および構成基板とガラス配管を封着する。封着温度や保持時間は、ガラスフリットの材料により適宜設定することができる。封着後一度室温付近まで冷却後、後述する真空排気・放電ガス封入工程を行ってもよいが、あらかじめ、構成基板の真空排気用ガラス管と排気装置を接続しておき、室温まで冷却せずに下記の真空排気・放電ガス封入工程を行ってもよい。

【0039】（真空排気・放電ガス封入工程）封着した部材内部を真空排気し、放電ガスを封入する工程について説明する。真空排気工程においては、封着された構成基板のガラス配管から放電空間内の真空排気を行い、10<sup>-2</sup> Pa 程度まで到達したら、封着された構成基板およびガラス配管の加熱を始める。加熱することで、放電内部表面などに吸着しているガスは表面から脱離し、そし

て活発に運動することでパネルから排出される。加熱温度は、封着フリットが流动性を示さない範囲であれば特に限定されず、放電のための電極を形成した基板上にMgO膜を形成した場合では通常200～380°C程度がよい。また、保持時間も特に限定されず、大型のパネルになれば保持時間は長くなるが、4.2インチ程度のパネルでも10時間以下程度である。

【0040】また、排気を行なながら一定温度で加熱する時に、より効果的に放電空間内の残留ガスを少なくする目的で、ガスの導入・排気を繰り返したり、あらかじめ2本以上設けたガラス配管で、一方からガスを導入しながらもう一方から排気を行なうこともできる。導入ガスとして放電ガスを用いた場合には、前面板の電極を用いて放電を行うことにより、放電空間内部表面に吸着したガスをより効率的に脱離・排出することができる。

【0041】排気しながら所定の加熱を行った後、排気を統けながら室温付近まで構成基板を冷却し、放電ガスを所定の圧力まで封入する。そしてガラス配管を溶断する。溶断には、ガスバーナーや電熱ヒーターなどを用いることができる。

【0042】最後に、駆動回路を実装してプラズマディスプレイを完成する。

#### 【0043】

【実施例】以下に、本発明を実施例を用いて具体的に説明する。但し、本発明はこれに限定されない。

#### (測定方法)

(1) 膜密度は、あらかじめ重量を測定したSi基板(5cm×5cm)上にMgO膜を厚み2μm成膜し、成膜前との比較における成膜後の重量増加分から算出した。重量測定は精密電子天秤を用いて室温25°Cにて行った。

【0044】(2) ビルドアップレート  
ビルドアップレートは、ダイナミックレンジの広いイオングージ(例えば、ライボルト(株)製エクストラクターゲージ)を真空チャンバーに取りつけて測定した。真空チャンバーの真空排気を行った後、真空チャンバーと真空排気ポンプとの間にあるメインバルブを閉じた。この後の圧力の変化をパソコンに取り込み、昇圧速度に、真空チャンバーガスの内容積を乗じて算出した。

【0045】(3) 導入ガス中の不純物分析  
真空チャンバーに導入する導入ガス中の不純物の分析は、真空チャンバーのガス導入ポートに大気正イオン化質量分析計(APIMS)を接続し、真空チャンバーにガスを導入するのと同時に測定を行った。

【0046】(実施例1) プラズマディスプレイを以下の手順にて作製した。

【0047】旭硝子社製“PD-200”ガラス基板上に、感光性銀ベーストを用いたフォトリソグラフィー法によりアドレス電極パターンを形成した後焼成した。ア

ドレス電極が形成されたガラス基板上に誘電体層をスクリーン印刷法により20μmの厚みで形成した。しかる後、感光性隔壁ベーストを用いたフォトリソグラフィー法により隔壁パターンを形成した。次に蛍光体層をディスペンサー法にて形成した。蛍光体粉末は、赤：(Y, Gd, Eu)BO<sub>3</sub>、緑：(Zn, Mn)S<sub>2</sub>O<sub>4</sub>、青：(Ba, Eu)MgAl<sub>10</sub>O<sub>17</sub>の組成のものを用いた。このようにして背面板を得た。

【0048】同様に“PD-200”ガラス基板上に、フォトエッチング法によりITO電極を形成した後、感光性銀ベーストを用いたフォトリソグラフィー法によりバス電極パターンを形成した。しかし後、透明誘電体層をスクリーン印刷法により30μmの厚みで形成した。さらに500nm厚のMgO膜を電子ビーム蒸着法により以下のようにして形成した。膜形成に使用した装置は成膜室とロードロック室から構成されており、成膜室の真空チャンバーはEV加工されたアルミ合金を用い、Oリングなどによる真空シールは用いずコンフラットフランジを用いた。成膜室の真空チャンバーの脱ガスベーピングを行った後、ビルドアップレートQ<sub>b</sub>を測定した結果、 $3 \times 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ であった。

【0049】ロードロック室に放電のための電極、透明誘電体層が形成された基板を配置し、 $10^{-5} \text{ Pa}$ 台まで真空排気を行った後、その基板を脱ガスベーピングされた成膜室まで直線導入機で搬送した。次に基板を赤外線ランプヒーターで250°Cまで加熱し、成膜室の真空チャンバーに少なくともH<sub>2</sub>O、CO、CO<sub>2</sub>と不純物ガスとして含む酸素ガスを導入ガスとして、導入流量Q<sub>gas</sub>= $2.0 \times 10^{-2} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ (12sec/cm)で導入しながら母材であるMgOに電子ビームを照射し、成膜速度が3nm/sになるように投入電力を調節しながら基板上にMgO膜を蒸着した。この時、酸素ガスプローブと成膜室の真空チャンバーのガス導入ガスポートの間には非蒸発型ゲッターを使用したガス精製器を配置した。成膜中の圧力は $4 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ であった。成膜を行っているときのガス導入ポートにおける導入ガスの不純物レベルQ<sub>imp</sub>/Q<sub>gas</sub>は、0.01ppmであった。Q<sub>b</sub>、Q<sub>imp</sub>、Q<sub>gas</sub>から減圧空気中の不純物レベルIを算出すると0.16ppmである。このようにして前面板を得た。同条件で作製したMgO膜の膜密度は、3.45g/cm<sup>3</sup>であった。

【0050】次に、封着用ガラスフリットベーストをディスペンサー法を用いて背面板に塗布した。封着用ガラスフリットはPbO、B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>およびセラミックスフィラーからなる複合系であり、軟化点は410°Cである。溶媒はα-ターピニオール、ポリマーにはPMMAを用いた。背面板のアドレス電極とバス電極が平行するように背面板と前面板とを配置して、インコネル製耐熱クリップを用いて、前面板および背面板の面内の中心軸に対称に外力を加えた。封着は450°Cで15分間行った。昇

温および降温速度は5°C/分で行った。前面板と背面板を封着する時に一緒に、背面板側にガラス配管を設けた。

【0051】ガラス配管を通して、封着した前面板と背面板の内部の真空排気を行った。この封着した部材内部の真空度が $1 \times 10^{-3}$ Pa以下に達した後に、このまま排気を行ながら、加熱を止め、室温まで冷却した後、放電ガスであるXe 5% - Neガスを6.5 kPaまで封入した。ガラス配管を電熱ヒーターを用いて溶接し、最後に、駆動回路を実装して、表示画素数640×480セルのプラズマディスプレイを作製した。

【0052】同条件で作製のプラズマディスプレイの6ヶ月の連続点灯において、非点灯セル数の増加は2セルであった。また、同条件で作製のプラズマディスプレイを1ヶ月点灯させずに放置した後の点灯においては、非点灯セル数の増加はなかった。非点灯セルとは全く点灯しないセルのほかに、安定に連続して点灯せず断続的に点灯しているセルも指す。画面サイズ、ディスプレイの大きさ、表示する映像にもよるが、一般に非点灯セル数は少ない方が良く、10個以下さらには5個以下であることがほしい。すなわち、本実施例で作製したディスプレイの表示動作は良好であった。

【0053】(実施例2)前面板MgO膜の形成に使用する成膜室の真空チャンバーの脱ガスベーベキングを行なわなかった以外は、実施例1と同様にプラズマディスプレイを作製した。成膜室の真空チャンバーのビルドアップレートQ<sub>b</sub>を測定した結果、 $1 \times 10^{-7}$ Pa・m<sup>3</sup>/sであった。成膜を行っているときのガス導入ポートにおける導入ガスの不純物レベルQ<sub>imp</sub>/Q<sub>gas</sub>は、0.03 ppmであった。すなわち、この実施例における減圧雰囲気中の不純物レベルIは、1.03 ppmであった。同条件で作製したMgO膜の膜密度は、3.39 g/cm<sup>3</sup>であった。同条件で作製のプラズマディスプレイの6ヶ月の連続点灯において、非点灯セル数の増加は5セルであった。また、同条件で作製のプラズマディスプレイを1ヶ月点灯させずに放置した後の点灯においては、非点灯セル数の増加はなかった。すなわち、表示動作は良好であった。

【0054】(実施例3)前面板MgO膜の形成に使用する成膜室の真空チャンバーの脱ガスベーベキングを行なわず、更に、酸素ガスボンベと成膜室の真空チャンバーのガス導入ガスポートの間にガス精製器を配置しなかった以外は、実施例1と同様にプラズマディスプレイを作製した。成膜室の真空チャンバーのビルドアップレートQ<sub>b</sub>を測定した結果、 $1 \times 10^{-7}$ Pa・m<sup>3</sup>/sであった。成膜を行っているときのガス導入ポートにおける導入ガスの不純物レベルQ<sub>imp</sub>/Q<sub>gas</sub>は、20.05 ppmであった。すなわち、減圧雰囲気中の不純物レベルIは25.05 ppmであった。同条件で作製したMgO

膜の膜密度は、3.30 g/cm<sup>3</sup>であった。同条件で作製のプラズマディスプレイの6ヶ月の連続点灯後において、非点灯セル数の増加は6セルであった。また、同条件で作製のプラズマディスプレイを1ヶ月点灯させずに放置した後の点灯においては、非点灯セル数の増加は2セルであった。すなわち、表示動作は良好であった。

【0055】(実施例4)前面板MgO膜の形成に使用する成膜室の真空チャンバーに機械加工後脱脂処理したステンレスを用いた以外は、実施例1と同様にプラズマディスプレイを作製した。成膜室のステンレス製真空チャンバーのビルドアップレートQ<sub>b</sub>を測定した結果、 $2 \times 10^{-6}$ Pa・m<sup>3</sup>/sであった。成膜を行っているときのガス導入ポートにおける導入ガスの不純物レベルQ<sub>imp</sub>/Q<sub>gas</sub>は、0.05 ppmであった。すなわち、この実施例における減圧雰囲気中の不純物レベルIは1.05 ppmであった。同条件で作製したMgO膜の膜密度は、3.26 g/cm<sup>3</sup>であった。同条件で作製のプラズマディスプレイの6ヶ月の連続点灯後において、非点灯セル数の増加は7セルであった。また、同条件で作製のプラズマディスプレイを1ヶ月点灯させずに放置した後の点灯においては、非点灯セル数の増加は3セルであった。すなわち表示動作は良好であった。

【0056】(比較例1)前面板MgO膜の形成に使用する成膜室の真空チャンバーに実施例4と同様の機械加工後脱脂処理したステンレスを用い、更に、酸素ガスボンベと成膜室の真空チャンバーのガス導入ガスポートの間にガス精製器を配置しなかった以外は、実施例1と同様にプラズマディスプレイを作製した。成膜室のステンレス製真空チャンバーのビルドアップレートQ<sub>b</sub>を測定した結果、 $2 \times 10^{-6}$ Pa・m<sup>3</sup>/sであった。成膜を行っているときのガス導入ポートにおける導入ガスの不純物レベルQ<sub>imp</sub>/Q<sub>gas</sub>は、21.02 ppmであった。すなわち、この実施例における減圧雰囲気中の不純物レベルIは、121.02 ppmであり、同条件で作製したMgO膜の膜密度は、3.12 g/cm<sup>3</sup>であった。同条件で作製のプラズマディスプレイの6ヶ月の連続点灯後において、非点灯セル数の増加は18セルであった。また、同条件で作製のプラズマディスプレイを1ヶ月点灯させずに放置した後の点灯においては、非点灯セル数の増加は20セルであった。すなわち、表示動作は良好ではなかった。

【0057】実施例1～5、および比較例1の、減圧雰囲気中の不純物レベルI、成膜室の真空チャンバーのビルドアップレートQ<sub>b</sub>、ガス導入ポートにおける導入ガス中の不純物レベルQ<sub>imp</sub>/Q<sub>gas</sub>、MgO膜の密度、6ヶ月連続点灯における非点灯セルの増加数、および1ヶ月点灯させずに放置した後の非点灯セルの増加数を表1に示す。

【0058】

【表1】

	減圧雰囲気中の不純物レベル (ppm) (計算値)	真空チャンバー導入ポートでの導入ガス中の不純物レベル (Pa · m³/s) /0.01 (ppm)	MgO膜の密度 (g/cm³)	6ヶ月連続点灯による非点灯セルの増加数 (個)	1ヶ月点灯させずに放電された後の非点灯セルの増加数 (個)	
実施例 1	0.16	$3 \times 10^{-4}$	0.01	3.45	2	0
実施例 2	5.03	$1 \times 10^{-7}$	0.03	3.39	5	0
実施例 3	25.05	$1 \times 10^{-7}$	20.05	3.30	6	2
実施例 4	100.05	$2 \times 10^{-4}$	0.05	3.26	7	3
比較例 1	121.02	$2 \times 10^{-4}$	21.02	3.12	18	20

【0059】

【発明の効果】本発明によって長時間放電による経時変化の少ないMgO膜が形成でき、信頼性が高く、そして長寿命なプラズマディスプレイを作製できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例を説明するための放電型ディスプレイの断面概略図。

【符号の説明】

- |    |       |    |              |
|----|-------|----|--------------|
| 1  | : 背面板 | 5  | : アドレス電極     |
| 2  | : 前面板 | 6  | : 誘電体        |
| 3  |       | 7  | : 隔壁         |
| 4  |       | 8  | : 蛍光体        |
| 5  |       | 9  | : 透明電極       |
| 6  |       | 10 | : バス電極       |
| 7  |       | 11 | : 透明誘電体      |
| 8  |       | 12 | : MgO膜       |
| 9  |       | 13 | : 封着用ガラスフリット |
| 10 |       | 14 |              |

【図1】

